Standar Nasional Indonesia

Asam sulfat pekat teknis

ICS 71.060.30

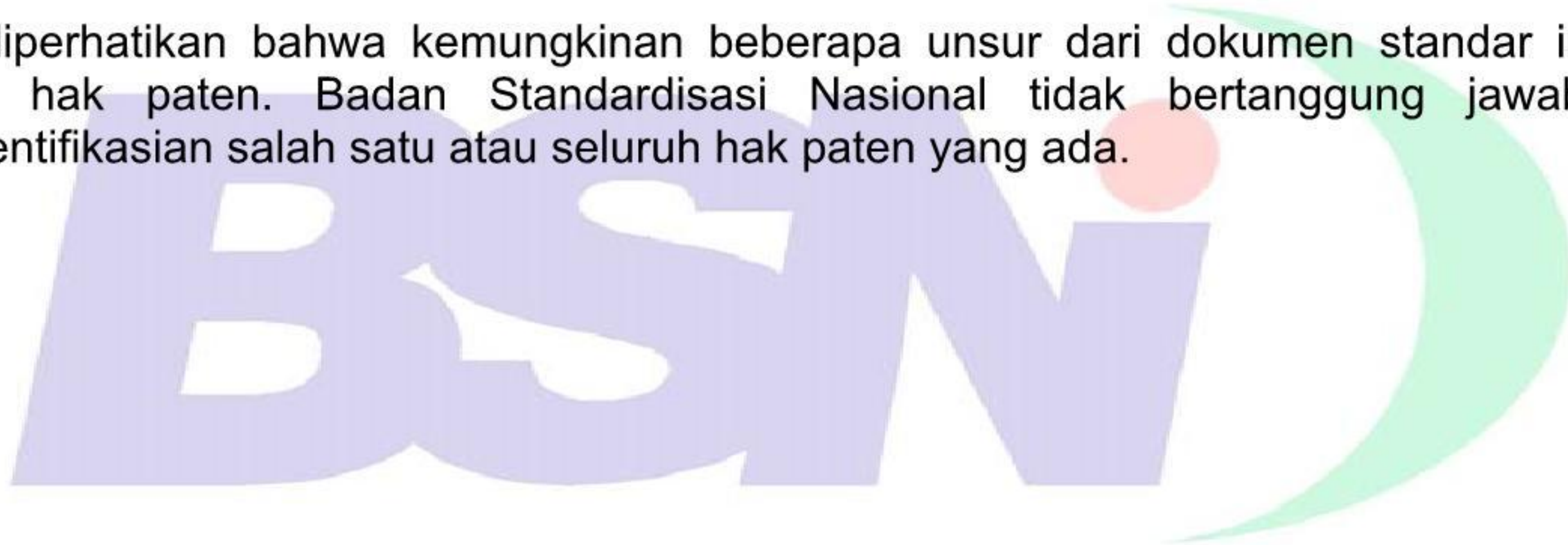
Daftar hadir

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 30:2017, *Asam sulfat pekat teknis* merupakan revisi dari SNI 0030:2011 *Asam sulfat teknis*.

Standar ini direvisi pada judul, ruang lingkup dan metode uji sebagai penyempurnaan sesuai dengan perkembangan. Adapun tujuan revisi standar ini adalah:
1. Melindungi produsen dan konsumen;
2. Mendukung perkembangan industri kimia dasar;
3. Menunjang ekspor nonmigas;
4. Mewujudkan persaingan usaha yang sehat dalam perdagangan.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 71-01, Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus di Jakarta pada tanggal 15 Agustus 2017. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli dan institusi terkait lainnya. SNI ini telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat sejak tanggal 30 Agustus 2017 sampai dengan 30 Oktober 2017 dan disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Asam sulfat pekat teknis

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji asam sulfat pekat teknis. Bahan ini banyak digunakan untuk industri atau kebutuhan lainnya.

2 Acuan normatif

SNI 0429, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.*

3 Istilah dan definisi

3.1
asam sulfat pekat teknis

bahan kimia dengan rumus molekul H_2SO_4, berupa cairan pekat tidak berwarna sampai kekuning-kuningan, bersifat sangat higroskopis, korosif, oksidator kuat dan mensulfonasi banyak senyawa organik, serta jika dilarutkan dalam air akan menghasilkan panas yang tinggi

4 Syarat mutu

Syarat mutu asam sulfat pekat teknis sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 - Syarat mutu

No	Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
1.	Asam sulfat (H_2SO_4)	Fraksi massa, %	Min. 98,2
2.	Kekeruhan	NTU	Maks. 60
3.	Bahan tidak menguap	Fraksi massa, %	Maks. 0,02
4.	Klorida (Cl)	mg/kg	Maks. 5
5.	Besi (Fe)	mg/kg	Maks. 40
6.	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 9
7.	Arsen (As)	mg/kg	Maks. 0,2
8.	Tembaga (Cu)	mg/kg	Maks. 1
9.	Selenium (Se)	mg/kg	Maks. 0,5
10.	Seng (Zn)	mg/kg	Maks. 2

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0429, dengan memperhatikan sifat asam sulfat pekat teknis sehingga peralatan pengambilan contoh dan wadah contoh uji tidak berbahan logam (misalnya gelas dan plastik khusus) dan tertutup rapat untuk menghindari penyerapan uap air.

6 Cara uji

6.1 Asam sulfat

6.1.1 Prinsip

Penentuan kadar asam sulfat pekat dilakukan secara titrimetri menggunakan larutan NaOH dan indikator fenolftalin yang dapat dilakukan dengan metode penimbangan *dely tube* atau Erlenmeyer tutup asah.

6.1.2 Pereaksi

a. Larutan 0,5 N NaOH;
b. Indikator : fenolftalin 1 % berat/volume (10 g/l);
   Larutkan 1 g fenolftalin dalam 100 ml etanol 95 %;
c. Kalium hidrogen ftalat p.a;
d. Aquades bebas CO_2.

6.1.3 Persiapan larutan NaOH 50 % dan larutan 0,5 N NaOH

a. Larutkan 162 g natrium hidroksida (NaOH) dalam 150 ml aquades bebas CO_2, dinginkan larutan sampai suhu 25 °C dan saring dengan *hardened filter paper* atau saringan media lain yang sesuai. Sebagai alternatif dapat menggunakan larutan NaOH 50 % yang dijual di pasaran;
b. ambil 27,2 ml dengan pipet ukur dan masukkan ke dalam labu ukur 1 l, tambahkan dengan aquades bebas CO_2 sampai tanda tera.

6.1.4 Standardisasi larutan 0,5 N NaOH

a. Timbang 10 g sampai dengan 20 g kalium hidrogen ftalat ($KHC_8H_4O_4$) p.a dalam wadah gelas dan keringkan ke dalam oven pada suhu 120 °C selama 2 jam dan wadah ditutup;
b. dinginkan dalam desikator;
c. timbang (4,75 ± 0,05) g kalium hidrogen ftalat ($KHC_8H_4O_4$) p.a yang sudah dikeringkan (b), larutkan dengan aquades dalam Erlenmeyer, tambahkan indikator fenolftalin 3 tetes sampai dengan 5 tetes dan titrasi dengan larutan NaOH.

6.1.5 Peralatan

a. *Dely tube* / Pipet;
b. Gelas piala / Erlenmeyer tutup asah;
c. Buret 100 ml;
d. Labu ukur;
e. Neraca dengan ketelitian 0,1 mg.

6.1.6 Cara kerja

6.1.6.1 Menggunakan *dely tube*

a. Masukkan lengan panjang *dely tube* kering yang beratnya diketahui ke dalam contoh (g_1);
b. pindahkan contoh dengan sistem pipet memakai telunjuk sebanyak 1,9 g sampai dengan 2,2 g;
c. balikkan *dely tube* dan gunakan tisu dengan ketebalan beberapa lapis untuk menyeka sisa asam dari lengan panjang dely tube;
d. setelah kering, timbang kembali contoh beserta *dely tube* dengan ketelitian 0,0001 g terdekat dan catat beratnya (g_2);

e. miringkan *dely tube* sehingga asam mengalir hampir ke lengkungan lengan pendek dan sambungkan segera ke *reservoir* aquades (aquades yang diberi beberapa tetes NaOH dan fenolftalin sampai warna larutan sedikit merah muda) dengan karet *tube* dan penjepit;
f. masukkan lengan panjang *dely tube* ke dalam gelas piala yang berisi ± 100 ml aquades;
g. buka jepitan dengan perlahan dan bilas contoh sampai ke gelas piala;
h. lanjutkan aliran air sampai semua asam tercuci dari *dely tube* (dengan ditandai munculnya warna merah muda);
i. bilas lengan panjang *dely tube* dan gabung semua bilasannya dalam gelas piala;
j. tambahkan indikator fenolftalin 3 tetes sampai dengan 5 tetes, biarkan sampai suhu ruang;
k. titrasi contoh sampai larutan berwarna merah muda. Catat volume yang terpakai (V).

6.1.6.2 Menggunakan Erlenmeyer tutup asah

a. Timbang Erlenmeyer tutup asah dan 50 ml aquades (g_1);
b. pipet contoh sebanyak 1,9 g sampai dengan 2,2 g kemudian masukkan ke dalam Erlenmeyer tutup asah yang sudah berisi 50 ml aquades dan timbang pada suhu ruang (g_2);
c. tambahkan indikator fenolftalin 3 tetes sampai dengan 5 tetes;
d. titrasi contoh sampai larutan berwarna merah muda. Catat volume yang terpakai (V).

6.1.7 Perhitungan

$$\text{Kadar } H_2SO_4, \% = \frac{V \times N \times 0{,}04904}{W} \times 100$$

Keterangan:

V adalah volume larutan NaOH (ml)
N adalah normalitas larutan NaOH (meq/ml)
W adalah bobot contoh (g), $W = g_2 - g_1$
0,04904 adalah berat setara asam sulfat/1.000

6.2 Kekeruhan

6.2.1 Prinsip

Kekeruhan asam sulfat pekat ditetapkan secara turbidimetri.

6.2.2 Pereaksi

Larutan standar kekeruhan (disesuaikan dengan alat dan rentang kekeruhan contoh, yang dijual secara komersial).

6.2.3 Peralatan

a. Turbidimeter;
b. Kuvet dari bahan kaca/gelas.

6.2.4 Cara kerja

6.2.4.1 Kalibrasi alat

Atur dan kalibrasi turbidimeter dengan larutan kekeruhan standar sesuai petunjuk pembuat alat turbidimeter.

6.2.4.2 Pengukuran contoh

a. Masukkan contoh ke dalam kuvet;
b. baca dan catat angka kekeruhan yang ditunjukkan.

6.3 Bahan tidak menguap (*non volatile matter*)

6.3.1 Prinsip

Penentuan bahan tidak menguap dengan pemijaran contoh pada suhu (800 ± 25) °C

6.3.2 Peralatan

a. Tanur;
b. Cawan platina / cawan porselen;
c. Desikator;
d. Neraca dengan ketelitian 0,1 mg;
e. Penangas listrik.

6.3.3 Cara kerja

a. Timbang sebanyak 50 g sampai dengan 100 g contoh ke dalam cawan platina atau cawan porselen yang telah dipijarkan pada suhu (800 ± 25) °C selama minimal 10 menit dan diketahui beratnya;
b. uapkan di atas penangas listrik atau pasir sampai kering, lalu pijarkan pada suhu (800 ± 25) °C selama minimal 10 menit;
c. dinginkan dalam desikator dan timbang hingga bobot tetap.

6.3.4 Perhitungan

$$\text{Kadar bahan tidak menguap, \%} = \frac{(W_1 - W_2)}{W} \times 100$$

Keterangan:
W_1 adalah bobot cawan yang berisi residu (g)
W_2 adalah bobot cawan kosong (g)
W adalah bobot contoh (g)

6.4 Klorida (Cl)

6.4.1 Prinsip

Klorida direaksikan dengan perak nitrat ($AgNO_3$) membentuk perak klorida ($AgCl$) dan diukur secara spektrofotometri pada panjang gelombang 440 nm sampai dengan 460 nm.

6.4.2 Pereaksi

a. Larutan perak nitrat $AgNO_3$ 1,7 %;
larutkan 1,7 g AgNO3 dengan aquades dan encerkan sampai 100 ml.
b. Larutan asam nitrat (HNO_3) 25 %;
c. Larutan Standar Cl 0,01 mg/ml.
1,65 g NaCl p.a dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 1 l, tepatkan sampai tanda tera. Pipet 10 ml dan encerkan sampai 1 l dalam labu ukur. (1 ml larutan = 0,01 mg Cl).

6.4.3 Peralatan

a. Spektrofotometer UV-Vis;
b. Kuvet bahan kaca/gelas;
c. Neraca dengan ketelitian 0,1 mg;
d. Labu ukur 100 ml;
e. Pipet gondok;
f. Gelas piala.

6.4.4 Cara kerja

6.4.4.1 Pengerjaan contoh uji

a. Timbang sebanyak ± 25 g contoh dan masukkan ke dalam gelas piala 200 ml yang sudah berisi 40 ml aquades sambil diaduk sampai homogen dan biarkan sampai suhu kamar;
b. tambahkan 1 ml asam nitrat 25 %, aduk sampai homogen;
c. tambahkan 1 ml $AgNO_3$ 1,7 % (b/v), aduk sampai homogen;
d. pindahkan ke labu ukur 100 ml, tambahkan aquades sampai tanda tera dan homogenkan;
e. baca absorbansi larutan pada panjang gelombang 440 nm sampai dengan 460 nm.

6.4.4.2 Pembuatan kurva kalibrasi

a. Pipet larutan standar klorida 0,01 mg/ml mulai dari 0 ml; 2,5 ml; 5 ml; 7,5 ml; 10 ml dan 12,5 ml ke masing-masing gelas piala 200 ml;
b. tambahkan aquades sampai 40 ml pada masing-masing standar;
c. tambah masing-masing 25 g H_2SO_4 p.a, aduk dan dinginkan sampai suhu kamar;
d. lanjutkan seperti butir 6.4.4.1 b sampai dengan e;
e. buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.

6.4.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Cl (mg/kg)} = \frac{C \times 1.000}{W}$$

Keterangan:
C adalah jumlah Cl yang didapat dari hasil pengukuran (mg)
W adalah bobot contoh (g)

6.5 Besi (Fe)

6.5.1 Prinsip

Besi direduksi dan ditentukan secara spektrofotometri dengan 1,10-fenantrolin (ortho-fenantrolin) pada panjang gelombang 500 nm sampai dengan 525 nm.

6.5.2 Pereaksi

a. Larutan amonium asetat-asam asetat;
larutkan 100 g amonium asetat (CH_3COONH_4) dalam 600 ml aquades, saring, tambah 200 ml asam asetat glasial dan encerkan dengan aquades sampai 1 l.
b. Larutan amonium hidroksida (1:1);
encerkan 500 ml amonium hidroksida (NH_4OH) dengan 500 ml aquades, aduk.
c. Kertas *congo red*;

d. Larutan hidroksilamin hidroklorida (100 g/l);
   larutkan 100 g hidroksilamin hidroklorida ($NH_2OH.HCl$) dalam 600 ml aquades, saring, dan encerkan dengan aquades sampai 1 l.
e. Larutan standar besi (1 ml = 0,01 mg Fe);
   larutkan 0,7022 g fero amonium sulfat heksahidrat ($FeSO_4.(NH_4)_2SO_4.6H_2O$) p.a dalam 500 ml aquades yang mengandung 20 mL H_2SO_4 p.a. Encerkan dengan aquades sampai 1 l dalam labu ukur. Pipet 100 ml larutan tersebut dan encerkan dengan aquades sampai 1 l dalam labu ukur.
f. Larutan 1,10-fenantrolin (ortho-fenantrolin) (3 g/l).
   larutkan 3 g ortho-fenantrolin monohidrat dalam 500 ml aquades, tambah 1 ml asam hidroklorida (HCl), aduk, saring dan encerkan dengan aquades sampai 1 l.

6.5.3 Peralatan

a. Gelas piala;
b. Spektrofotometer UV-Vi;
c. Labu ukur;
d. Neraca dengan ketelitian 0,1 mg.

6.5.4 Cara kerja

6.5.4.1 Pengerjaan contoh uji

a. Timbang kira-kira sebanyak 1 g contoh dalam gelas piala 100 ml.
b. tambahkan secara berurutan :
   - 50 mL aquades melalui dinding sambil diputar secara hati-hati
   - 1 mL larutan hidroksilamin hidroklorida (100 g/l)
   - 5 mL larutan 1,10 fenantrolin (3 g/l)
   - larutan amonium hidroksida (1:1) hingga pH 3,5 sampai dengan 4
   - 5 mL larutan bufer asetat (100 g/l);
c. pindahkan ke labu ukur 100 ml dan encerkan dengan aquades hingga tanda tera, homogenkan dan diamkan selama 15 menit;
d. baca absorbansi larutan pada panjang gelombang 500 nm sampai dengan 525 nm.

6.5.4.2 Pembuatan kurva kalibrasi

a. Pipet larutan standar besi 0,01 mg/ml mulai dari 0 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml; 4 ml dan 5 ml ke masing-masing labu ukur 100 ml;
b. Lanjutkan seperti butir 6.5.4.1 b sampai dengan d, sehingga diperoleh konsentrasi 0 mg/l; 0,1 mg/l; 0,2 mg/l ; 0,3 mg/l ; 0,4 mg/l dan 0,5 mg/l;
c. Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.

6.5.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Fe (mg/kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W}$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/l);
fp adalah faktor pengenceran;
V adalah volume labu ukur yang digunakan (ml);
W adalah bobot contoh (g).

6.6 Timbal (Pb)

6.6.1 Prinsip

Penambahan asam nitrat (HNO_3) bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan pengganggu yang terdapat dalam contoh uji dengan bantuan pemanas kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menggunakan gas asetilen C_2H_2. Logam dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

6.6.2 Pereaksi

a. Aquades;
b. Asam nitrat (HNO_3) p.a;
c. Asam nitrat (1:1);
d. Larutan induk 1.000 mg/l standar timbal (Pb);
e. Larutan pengencer; aquades yang ditambahkan asam nitrat pekat sampai pH 2.

6.6.3 Peralatan

a. SSA dengan kelengkapannya;
b. Lampu katoda berongga;
c. Neraca dengan ketelitian 0,1 m;
d. Gas asetilen;
e. Gelas piala;
f. Pipet ukur;
g. Labu ukur;
h. Corong gelas;
i. Pemanas Listrik;
j. Kertas saring berpori;
k. Labu semprot.

6.6.4 Cara kerja

6.6.4.1 Persiapan contoh uji

a. Homogenkan contoh uji;
b. timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan neraca, kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji;
c. panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering;
d. dinginkan larutan contoh uji pada suhu ruang kemudian bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
e. pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 mL (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
f. larutan contoh uji siap diukur responnya.

6.6.4.2 Pembuatan larutan kerja logam

a. Untuk membuat larutan baku logam 100 mg/l;
b. pipet 10,0 ml dari larutan induk Pb 1.000 mg/l kemudian masukkan dalam labu ukur 100 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera;
c. pipet 0 ml; 1 ml; 5 ml; 10 ml; 15 ml; 20 ml larutan baku 100 mg/l masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml;
d. tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi timbal 0,0 mg/l; 1 mg/l; 5 mg/l; 10 mg/l; 15 mg/l dan 20 mg/l .

6.6.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

a. Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat;
b. ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 217 nm atau 283,3 nm untuk Pb;
c. buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi;
d. lanjutkan dengan pengukuran larutan contoh uji yang telah disiapkan.

6.6.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Pb (mg/kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W}$$

Keterangan

C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/l).
fp adalah faktor pengenceran.
V adalah volume labu ukur yang digunakan (ml).
W adalah bobot contoh (g).

6.7 Arsen

6.7.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam nitrat (HNO_3) menjadi larutan arsen. Larutan arsen direduksi dengan kalium iodide (KI) dan direaksikan dengan sodium borohidrid ($NaBH_4$) atau stano klorida ($SnCl_2$) sehingga terbentuk senyawa arsen hidrida yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

6.7.2 Pereaksi

a. HCl 8 M;
   encerkan 66 mL HCl 37 % sampai dengan 100 ml dengan aquades.
b. KI 20 %;
   larutkan 20 gram KI dengan aquades kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, dan encerkan volume hingga 100 ml (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan);
c. $NaBH_4$ 0,4 %;
   larutkan 2,5 gram NaOH dan 2,0 gram $NaBH_4$ dengan aquades kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 500 ml, dan encerkan volume hingga 500 ml.
d. HCl 5 M;
   encerkan 200 ml HCl dengan aquades hingga 500 ml.
e. HNO_3 Pekat;
f. Larutan induk 1.000 mg/l standar Arsen (As).

6.7.3 Peralatan

a. SSA dengan kelengkapannya;
b. Lampu katoda berongga;
c. *Hydride Vapour Generator* (HVG);
d. Neraca dengan ketelitian 0,1 mg;
e. Gas asetilen;
f. Gas argon;
g. Gelas piala;
h. Pipet ukur;
i. Labu ukur;
j. Corong gelas;

k. Pemanas Listrik;
l. Kertas saring berpori;
m. Labu semprot;

6.7.4 Cara kerja

6.7.4.1 Persiapan contoh uji

a. Homogenkan contoh uji;
b. timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan neraca kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji;
c. panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering;
d. dinginkan larutan contoh uji pada suhu ruang kemudian bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
e. pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 ml (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
f. larutan contoh uji siap diukur responnya.

6.7.4.2 Pembuatan larutan kerja Arsen

a. Untuk membuat larutan baku (induk) arsen 100 mg/l;
pipet 10,0 ml dari larutan induk As 1.000 mg/l masukkan dalam labu ukur 100 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
b. untuk membuat larutan baku arsen 1 mg/l;
pipet 1,0 ml dari larutan induk As 100 mg/l masukkan dalam labu ukur 100 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
c. untuk membuat larutan baku arsen 100 µg/l;
pipet 5,0 ml dari larutan induk As 1 mg/l masukkan dalam labu ukur 50 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
d. pipet 0 ml; 1 ml; 5 ml; 10 ml; 15 ml; 20 ml larutan baku 100 µg/l masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml;
e. tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi arsen 0,0 µg/l; 1 µg/l; 5 µg/l; 10 µg/l; 15 µg/l dan 20 µg/l.

6.7.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

a. Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya;
b. optimalkan alat;
c. pipet 25 ml larutan kerja standar arsen dan larutan contoh uji ke dalam *test tube*, tambahkan 2 ml HCl 8 M dan 0,1 ml KI 20 % kemudian biarkan sekurang-kurangnya 2 menit;
d. baca absorbansi dari standar, contoh dan blanko sebagai koreksi.

6.7.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi As (mg/kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W \times 1.000}$$

Keterangan :
C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (µg/l).
Fp adalah faktor pengenceran.
V adalah volume labu ukur yang digunakan (ml).
W adalah bobot contoh (g).
1.000 adalah faktor konversi dari µg/l menjadi mg/l

6.8 Tembaga (Cu)

6.8.1 Prinsip

Penambahan asam nitrat (HNO_3) bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan pengganggu yang terdapat dalam contoh uji dengan bantuan pemanas kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menggunakan gas asetilen C_2H_2. Logam dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

6.8.2 Pereaksi

a. Aquades;
b. Asam nitrat (HNO_3) p.a;
c. Asam nitrat (1:1);
d. Larutan induk 1.000 mg/l standar tembaga (Cu);
e. Larutan pengencer; aquades yang ditambahkan asam nitrat pekat sampai pH 2.

6.8.3 Peralatan

a. SSA dengan kelengkapannya;
b. Lampu katoda berongga;
c. Neraca dengan ketelitian 0,1 mg;
d. Gas asetilen;
e. Gelas piala;
f. Pipet ukur;
g. Labu ukur;
h. Corong gelas;
i. Pemanas listrik;
j. Kertas saring berpori;
k. Labu semprot;

6.8.4 Cara kerja

6.8.4.1 Persiapan contoh uji

a. Homogenkan contoh uji;
b. timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan neraca kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji;
c. panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering;
d. dinginkan larutan contoh uji pada suhu ruang kemudian bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
e. pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 ml (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
f. larutan contoh uji siap diukur responnya.

6.8.4.2 Pembuatan larutan kerja logam

a. Untuk membuat larutan baku logam 100 mg/l;
pipet 10,0 ml dari larutan induk Cu 1.000 mg/l masukkan dalam labu ukur 100 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera;
b. pipet 0 ml; 1 ml; 5 ml; 10 ml; 15 ml; 20 ml larutan baku 100 mg/l masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml;
c. tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi tembaga 0 mg/l; 1 mg/l; 5 mg/l; 10 mg/l; 15 mg/l dan 20 mg/l.

6.8.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

a. Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat;
b. ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 324,7 nm untuk Cu;
c. buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi;
d. lanjutkan dengan pengukuran larutan contoh uji yang telah disiapkan.

6.8.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Cu (mg/kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W}$$

Keterangan :
C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/l)
fp adalah faktor pengenceran
V adalah volume labu ulur yang digunakan (ml)
W adalah bobot contoh (g)

6.9 Selenium (Se)

6.9.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam nitrat (HNO_3) menjadi larutan selenium. Larutan selenium direaksikan dengan sodium borohidrid ($NaBH_4$) atau stano klorida ($SnCl_2$) sehingga terbentuk senyawa selenium hidrida yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 196,0 nm.

6.9.2 Pereaksi

a. $NaBH_4$ 0,4 %;
   larutkan 2,5 gram NaOH dan 2,0 gram $NaBH_4$ dengan aquades kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 500 ml, dan encerkan volume hingga 500 ml.
b. HCl 5 M;
   encerkan 200 ml HCl sampai dengan 500 ml dengan aquades.
c. HNO_3 pekat;
d. Larutan induk 1.000 mg/l standar Selenium (Se).

6.9.3 Peralatan

a. SSA dengan kelengkapannya;
b. Lampu katoda berongga;
c. *Hydride Vapour Generator* (HVG);
d. Neraca dengan ketelitian 0,1 mg;
e. Gas asetilen;
f. Gas argon;
g. Gelas piala;
h. Pipet ukur;
i. Labu ukur;
j. Corong gelas;
k. Pemanas listrik;
l. Kertas saring berpori;
m. Labu semprot.

6.9.4 Cara kerja

6.9.4.1 Persiapan contoh uji

a. Homogenkan contoh uji;
b. timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan neraca analitik kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji;
c. panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering;
d. dinginkan larutan contoh uji pada suhu ruang kemudian bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
e. pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 ml (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
f. larutan contoh uji siap diukur responnya.

6.9.4.2 Pembuatan larutan kerja Selenium

a. Untuk membuat larutan baku (induk) selenium 100 mg/l;
pipet 10,0 ml dari larutan induk Se 1.000 mg/l masukkan dalam labu ukur 100 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
b. untuk membuat larutan baku selenium 1 mg/l;
pipet 1,0 ml dari larutan induk Se 100 mg/l masukkan dalam labu ukur 100 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
c. untuk membuat larutan baku selenium 100 µg/l;
pipet 5,0 ml dari larutan induk Se 1 mg/l masukkan dalam labu ukur 50 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
d. pipet 0 ml; 1 ml; 5 ml; 10 ml; 15 ml; 20 ml larutan baku 100 µg/l masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml.
e. tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi selenium 0 µg/l; 1 µg/l; 5 µg/l; 10 µg/l ; 15 µg/l dan 20 µg/l.

6.9.4.3 Prosedur pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

a. Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya;
b. optimalkan alat;
c. siapkan $NaBH_4$ 0,4 % dan HCl 5 M dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat;
d. baca absorbansi dari larutan deret standar, contoh dan blanko sebagai koreksi.

6.9.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Se (mg/kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W \times 1.000}$$

Keterangan :

C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (µg/l)
fp adalah faktor pengenceran
V adalah volume labu ulur yang digunakan (ml)
W adalah bobot contoh (g)
1.000 adalah faktor konversi dari µg/l menjadi mg/l.

6.10 Seng (Zn)

6.10.1 Prinsip

Penambahan asam nitrat (HNO_3) bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan pengganggu yang terdapat dalam contoh uji dengan bantuan pemanas kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menggunakan gas asetilen C_2H_2. Logam dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi

6.10.2 Peralatan

a. SSA dengan kelengkapannya;
b. Lampu katoda berongga;
c. Neraca dengan ketelitian 0,1 mg;
d. Gas asetilen;
e. Gelas piala;
f. Pipet ukur;
g. Labu ukur;
h. Corong gelas;
i. Pemanas listrik;
j. Kertas saring berpori;
k. Labu semprot.

6.10.3 Pereaksi

a. Aquades;
b. Asam nitrat (HNO_3) p.a;
c. Asam nitrat (1:1);
d. Larutan induk 1.000 mg/l standar seng (Zn);
e. Larutan pengencer ; aquades yang ditambahkan asam nitrat pekat sampai pH 2.

6.10.4 Cara kerja

6.10.4.1 Persiapan contoh uji

a. Homogenkan contoh uji;
b. timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan neraca kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji;
c. panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering;
d. dinginkan larutan contoh uji pada suhu ruang kemudian bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
e. pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 ml (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
f. larutan contoh uji siap diukur responnya.

6.10.4.2 Pembuatan larutan kerja logam

a. Untuk membuat larutan baku logam 100 mg/l;
pipet 10,0 ml dari larutan induk Zn 1.000 mg/l masukkan dalam labu ukur 100 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
b. pipet 0 ml; 1 ml; 5 ml; 10 ml; 15 ml; 20 ml larutan baku 100 mg/l masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml.
c. tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi seng 0 mg/l; 1 mg/l; 5 mg/l; 10 mg/l; 15 mg/l dan 20 mg/l.

6.10.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

a. Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
b. ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 213,8 nm untuk Zn;
c. buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi;
d. lanjutkan dengan pengukuran larutan contoh uji yang telah disiapkan.

6.10.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Zn (mg/kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W}$$

Keterangan :
C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/l)
fp adalah faktor pengenceran
V adalah volume labu ukur yang digunakan (ml)
W adalah bobot contoh (g)

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan mutu pada pasal 4.

8 Pengemasan

Produk asam sulfat pekat teknis dikemas dalam wadah yang tertutup, tidak mempengaruhi isi, dan aman selama pengangkutan dan penyimpanan.

CATATAN Wadah dapat berupa botol, jerigen, drum, kempu (*IBC tank*) dan tangki.

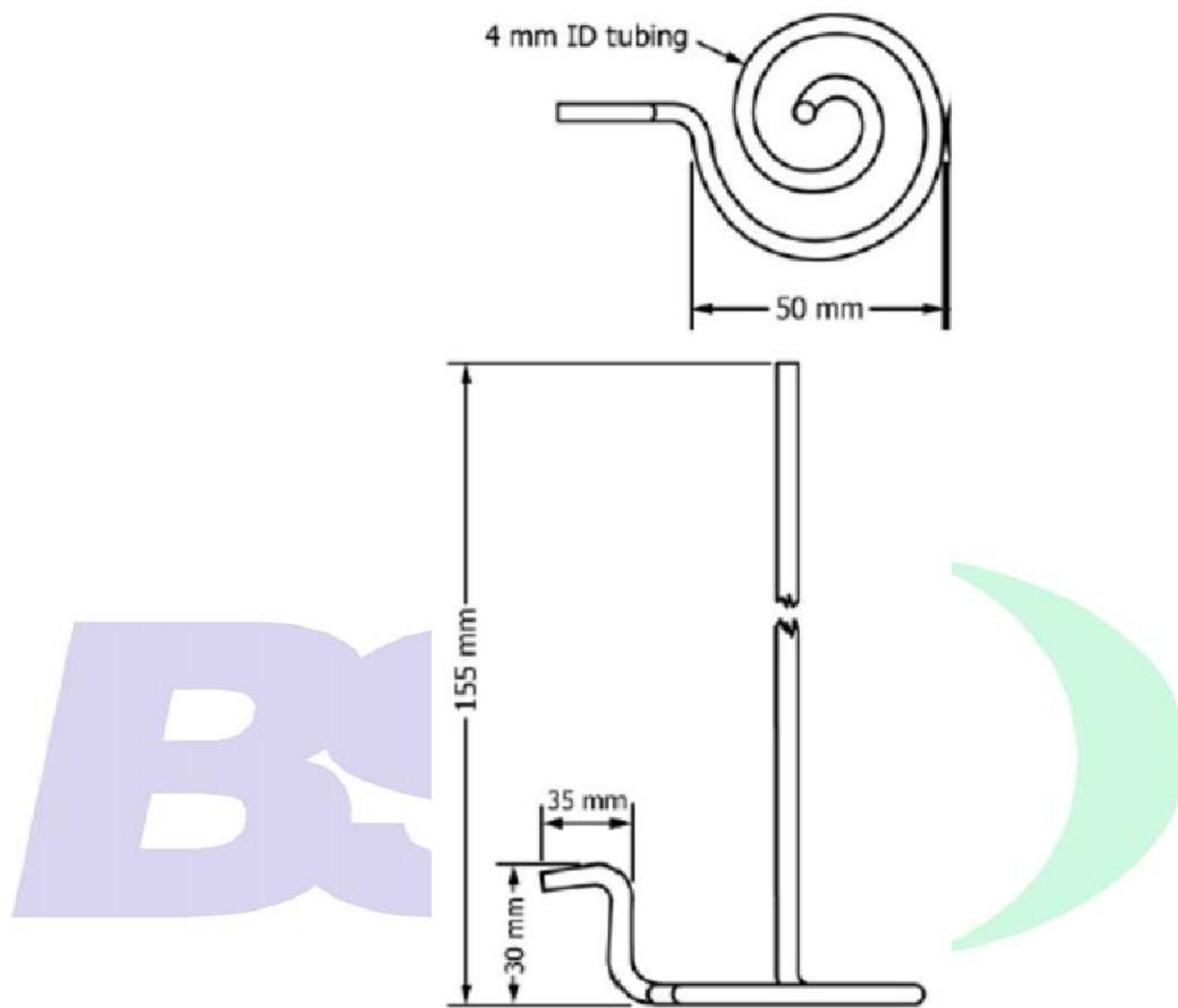
9 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan tanda penandaan yang mudah dibaca, berisikan sekurang-kurangnya :

a. Nama produk dan rumus kimia;
b. Berat bersih;
c. Nama produsen;
d. Alamat perusahaan;
e. Tanda bahaya (piktogram);
f. Petunjuk penanganan bahan.

CATATAN Untuk produk yang dikemas dalam tangki (curah) poin a sampai f dicantumkan dalam dokumen (surat jalan, Lembar Data Keselamatan Bahan, dan sertifikat hasil uji).

LAMPIRAN A
(Informatif)

Gambar alat *dely tube*

Gambar A.1 - Gambar alat *dely tube*

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komite Teknis perumus SNI

Komite Teknis 71-01 Teknologi Kimia

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis perumus SNI

Ketua : Muhammad Khayam
Sekretaris : Ombang Mahadi
Anggota : Thamrin
Retno Yunilawati
Setiadi
Sularsi
Wahyudi
Warsiti
Ali Nurdin
Hens Saputra
Waluyo Utomo
Hardoyo

[3] Konseptor rancangan SNI

Uu Sobarudin

[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri
Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
Kementerian Perindustrian